МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕЛЛУРА

Издание официальное

БЗ 11—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.343-15:546.24.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

Методы определения теллура

ГОСТ 15934.17—80

Copper concentrates.
Methods for determination of tellurium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.81

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты всех марок и устанавливает атомно-абсорбционный и полярографический методы определения массовой доли теллура от 0,0002 до 0,12 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27329.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 2082.0 и ГОСТ 26100.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД (ОТ 0,0002 ДО 0,005 %)

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомного поглощения резонансной линии теллура при длине волны 214,3 нм при введении анализируемого раствора и растворов сравнения в пламя ацетилен-воздух (или пропан-бутан-воздух) после отделения теллура (IV) экстракцией метилизобутилкетоном.

2.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Источник излучения на теллур.

Компрессор воздушный.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан по ГОСТ 20448.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 0,5; 1,0; 4 и 6 моль/дм^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор 10 г/дм^3.

Метилизобутилкетон (МИБК), раствор в соляной кислоте 4 моль/дм^3; если требуется очистка МИБК, то ее осуществляют следующим образом: 10 объемных частей реагента встряхивают с 1 объемом раствора гидроокиси натрия в течение 1 мин. Органический слой сливают в другую делительную воронку и операцию встряхивания с раствором гидроокиси натрия повторяют. Затем промывают одной объемной частью воды два раза и сушат с сернокислым натрием. Фильтруют через неплотный фильтр в склянку из темного стекла.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 1 моль/дм^3.

Теллур металлический.

Стандартные растворы теллура.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Раствор А: Навеску теллура массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты и 5—7 капель азотной кислоты, нагревают до растворения навески (лучше на водяной бане). Затем добавляют 100 см^3 воды, нагревают раствор до кипения и кипятят в течение 5 мин (для удаления окисей азота). Охлаждают, приливают 20—30 см^3 соляной кислоты, переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят водой до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг теллура.

Раствор Б: 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки соляной кислотой 1 моль/дм^3.

1 см^3 раствора Б содержит 0,005 мг теллура.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску медного концентрата массой 3,00 г (при массовой доле теллура до 0,001 %) или 1,00 г (при массовой доле свыше 0,001 %) помещают в стакан (или коническую колбу) вместимостью 250 см^3, приливают 15—20 см^3 соляной кислоты, 5 см^3 азотной кислоты и выпаривают до сухих солей при нагревании на водяной бане. Затем добавляют 20 см^3 соляной кислоты 1 моль/дм^3 и нагревают на водяной бане до растворения солей. Фильтруют нерастворимый остаток на фильтр средней плотности, промывают его два раза по 2,5 см^3 соляной кислоты 1 моль/дм^3 и собирают фильтрат в стакан вместимостью 100 см^3. Остаток отбрасывают.

К фильтрату приливают 1 см^3 раствора двухромовокислого калия и оставляют на 10 мин для восстановления теллура. Затем добавляют 60 см^3 соляной кислоты 6 моль/дм^3 (или 4 моль/дм^3), переносят раствор в делительную воронку, приливают 10 см^3 МИБК и экстрагируют в течение 1 мин.

Органический слой отделяют, приливают 5 см^3 соляной кислоты 4 моль/дм^3 и экстрагируют в течение 30 с.

Водную фазу и раствор после промывания соляной кислотой помещают в колбу вместимостью 100—250 см^3, а органическую фазу отбрасывают.

Колбу помещают на водяную баню и выдерживают в течение 10 мин для восстановления теллура. Охлаждают, переносят в делительную воронку, добавляют 10 см^3 раствора МИБК и экстрагируют в течение 1 мин. Органическую фазу отделяют в другую делительную воронку, а к водной приливают еще 10 см^3 МИБК и экстракцию повторяют. Органическую фазу объединяют с первой и реэкстрагируют теллур дважды по 10 см^3 воды в течение 1 мин. Водную фазу помещают в стакан вместимостью 50 см^3 и упаривают на водяной бане до объема 1 см^3. После охлаждения добавляют 2 см^3 соляной кислоты 0,5 моль/дм^3 и помещают раствор в мерный цилиндр вместимостью 5 или 10 см^3, доводят до метки соляной кислотой 0,5 моль/дм^3.

Измеряют поглощение аналитической линии теллура при длине волны 214,3 нм растворов анализируемой пробы, контрольного опыта и растворов для построения градуировочного графика в пламени ацетилен-воздух.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

Допускается использование пламени пропан-бутан-воздух.

Массу теллура определяют по градуировочному графику.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в ряд стаканов вместимостью по 100 см^3 помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0 и 12 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует: 0; 0,002; 0,005; 0,01; 0,02; 0,04 и 0,06 мг/см^3 теллура. Добавляют в стаканы по 25 см^3 соляной кислоты 1 моль/дм^3, 1 см^3 раствора двухромовокислого калия и выдерживают 10 мин для восстановления теллура. Далее продолжают, как описано в п. 2.3.1. По полученным данным строят график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю теллура (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — массовая концентрация теллура, найденная по градуировочному графику, мг/см^3;

V — вместимость мерного цилиндра, см^3;

m — масса навески концентрата, г.

2.4.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_п$) и воспроизводимости (D), приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля теллура, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_п$)	анализов (D)
От 0,00020 до 0,00050 вкл.	0,00006	0,00009
Св. 0,00050 » 0,0015 »	0,0001	0,0003
» 0,0015 » 0,0050 »	0,0003	0,0005

2.4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом добавок не реже одного раза в полгода.

Результаты анализа проб считаются правильными, если найденная величина добавки отличается от введенной ее величины не более чем на $0{,}5\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой соответственно.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на восстановлении теллура до элементарного на ртутном капельном электроде на фоне 0,24 моль/дм^3 раствора йодистого калия. Потенциал полуволны по отношению к донной ртути составляет минус 0,52 В. Предварительно теллур отделяют в виде элементарного хлоридом олова, используя селен в качестве коллектора.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Полярограф типа ППТ-1 или ПУ.

Баллон с инертным газом: азот, аргон, гелий.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 3:1, 1:20, 1:9.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Олово двухлористое, раствор 250 г/дм^3 в соляной кислоте.

Гидразин солянокислый.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор 2 моль/дм^3.

Селен.

Раствор селена: 0,5 г селена помещают в стакан вместимостью 200 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты и 5—7 капель азотной кислоты. Помещают стакан на кипящую водяную баню и нагревают до растворения навески. К раствору приливают 30—60 см^3 воды, охлаждают и помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают 15 см^3 соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 1 мг селена.

Теллур.

Стандартные растворы теллура.

Раствор А. Навеску теллура массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 200 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты и 5—10 капель азотной кислоты. Ставят стакан на водяную баню и нагревают до растворения навески. Приливают 30—50 см^3 воды, охлаждают и помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3; разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг теллура.

Раствор Б. Отбирают 10 см^3 раствора А и помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор пригоден к употреблению 5—6 сут.

1 см^3 раствора Б содержит 0,001 мг теллура.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Проведение анализа

Навеску концентрата массой 0,2—1 г помещают в стакан вместимостью 200 см^3, приливают 20—25 см^3 раствора азотной кислоты (1:1), закрывают стакан стеклом и выдерживают без нагревания до прекращения бурной реакции выделения окисей азота. Затем стекло снимают, приливают 1 см^3 раствора селена, нагревают и выпаривают до влажных солей. К остатку приливают 10 см^3 серной кислоты и упаривают до появления ее паров. Охлаждают, приливают 5—10 см^3 воды и повторяют выпаривание до появления паров серной кислоты и полного удаления окисей азота.

После охлаждения раствора приливают 10 см^3 соляной кислоты, 30—50 см^3 воды и кипятят до растворения сульфатов. Фильтруют через плотный фильтр и промывают фильтр с осадком 3—4 раза горячим раствором соляной кислоты (1:9). Фильтр с осадком отбрасывают, а фильтрат нагревают до кипения, прибавляют немного фильтробумажной массы, 1 г солянокислого гидразина и кипятят 5—7 мин. Приливают 1—2 см^3 раствора двухлористого олова и снова кипятят. Раствор оставляют на 0,5—1 ч в теплом месте плиты для коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают на тампон из фильтробумажной массы и промывают 5—6 раз горячим раствором соляной кислоты (1:9), содержащим 0,5 г гидразина в 100 см^3 раствора. Растворяют осадок на воронке в 8—12 см^3 смеси кислот азотной и соляной (3:1), собирая фильтрат в колбу, в которой проводили осаждение.

Промывают тампон 4—6 раз горячей водой. Затем раствор выпаривают до 3—5 см^3, приливают 0,1 или 0,2 см^3 серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают стенки колбы водой и снова выпаривают до паров кислоты. К остатку приливают 8 или 10 см^3 воды, охлаждают. Добавляют 3 или 6 см^3 раствора йодистого калия и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Отливают в сухой стакан 20 см^3 раствора, продувают инертным газом в течение 15—20 мин и полярографируют в интервале потенциалов от минус 0,3 до минус 0,8 В по отношению к донной ртути.

Одновременно полярографируют растворы сравнения теллура, для чего в ряд мерных колб вместимостью 25 см^3 помещают 1, 3, 5 см^3 стандартного раствора Б теллура, в мерные колбы вместимостью 50 см^3 помещают 0,5; 1,2 см^3 стандартного раствора А теллура, приливают 0,1 или 0,2 см^3 серной кислоты соответственно вместимости мерных колб и далее продолжают, как описано выше.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю теллура (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot H \cdot 100}{m \cdot H_1 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса теллура, содержащаяся в растворе сравнения, мг;

H — высота волны, полученной при полярографировании раствора пробы, мм;

H_1 — высота волны раствора сравнения, мм;

m — масса навески концентрата, г.

3.3, 3.3.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

3.3.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_п$) и воспроизводимости (D), приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля теллура, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_п$)	анализов (D)
От 0,0010 до 0,0030 вкл.	0,0006	0,0008
Св. 0,003 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,030 »	0,006	0,009
» 0,03 » 0,10 »	0,01	0,02

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют по п. 2.4.3.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.4. При разногласиях в оценке массовой доли теллура применяют полярографический метод.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Разд. 4. **(Исключен, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Ю.Н. Семавин, Э.Н. Гадзалов, Э.Б. Маковская, В.Г. Соколова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.04.80 № 1981

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15934.17—70

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 2082.0—81	1.2
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4166—76	2.1
ГОСТ 4204—77	3.1
ГОСТ 4220—75	2.1
ГОСТ 4232—74	3.1
ГОСТ 4328—77	2.1
ГОСТ 4461—76	2.1, 3.1
ГОСТ 5457—75	2.1
ГОСТ 20448—90	2.1
ГОСТ 26100—84	1.2
ГОСТ 27329—87	1.1

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 16.04.91 № 507

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., апреле 1991 г. (ИУС 7—85, 7—91)

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.04.99. Подписано в печать 24.05.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,60.
Тираж 109 экз. С 2886. Зак. 449.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru